



# ARBによる加工後焼鈍された極低炭素IF鋼の組織と機械的性質に及ぼすひずみ量の影響

紙川 尚也\*・辻 伸泰\*<sup>2</sup>・齋藤 好弘\*<sup>2</sup>

Effect of Strain on Microstructures and Mechanical Properties of ARB Processed and Annealed Ultra-low Carbon IF Steel

Naoya KAMIKAWA, Nobuhiro TSUJI and Yoshihiro SAITO

**Synopsis** : Ultra-low carbon IF steel was deformed to various strains ranging from 0.8 to 5.6 by the accumulative roll-bonding (ARB) process at 500°C, and subsequently annealed at various temperatures for 1.8 ks in order to clarify the effect of strain on the microstructures and mechanical properties. The materials deformed by relatively low strains below 2.4 revealed dislocation cell or subgrain structures including small number of deformation induced high-angle grain boundaries. The microstructural change in these materials during annealing was understood in terms of discontinuous recrystallization characterized by nucleation and growth. The materials severely strained over 4.0, on the other hand, were filled with the pancake-shaped ultra-fine grains surrounded by high-angle grain boundaries. The mean thickness and length of the pancake-shaped ultra-fine grains were about 200 nm and 900 nm, respectively. The specimens ARB processed above strain of 4.0 performed very high strength up to 900 MPa, though they showed limited elongation. Normal grain growth with recovery at grain interior occurred during annealing of the highly strained materials, because all the boundaries surrounding the ultra-fine grains had equivalent degree of mobility. The 0.2% proof stress of the specimens having various grain sizes held Hall-Petch relationship. It was also clarified that high-angle boundaries could contribute more greatly to the strength than low-angle boundaries. In contrast, the uniform elongation of the ultra-fine grained materials whose mean grain sizes were smaller than 1 μm suddenly decreased to about a few percents because of the early plastic instability. It was concluded from the present study that strain over 4.0 is necessary to obtain uniform ultra-fine grains having high strength.

**Key words**: ultra-fine grain; severe plastic deformation; accumulative roll-bonding (ARB); annealing; recovery; recrystallization; grain growth; boundary misorientation; mechanical property; grain size; Hall-Petch relationship; ultra-low carbon IF steel.

## 1. 緒言

構造用材料に要求される最も重要な特性の一つは、強度が高いことであり、そのためには結晶中の転位運動を阻止する必要がある。転位運動の障害物としては、他の転位、固溶元素、析出物や分散粒子、結晶粒界などがあり、これらに対応した金属材料の強化法はそれぞれ、加工硬化（転位強化）、固溶強化、析出強化、分散強化、結晶粒微細化強化と呼ばれている。このうち結晶粒微細化強化は合金元素等の添加を必要としないことから、リサイクル性の向上および環境への負荷の低減という面からも注目されている。

一般に、金属材料の強度が結晶粒径の $-1/2$ 乗に比例して向上することは経験的に知られている<sup>1-3)</sup>。さらに結晶粒径を1 μm以下にまで超微細化すると、強度のみならず靱性、耐食性等の性質をも飛躍的に向上できることが期待されており、近年、構造用材料の結晶粒超微細化に関する研究が盛んに行われている<sup>4)</sup>。結晶粒超微細化法の一つとして強ひずみ加工があり、High Pressure Torsion (HPT)<sup>5,6)</sup>、

Equal Channel-Angular Pressing (ECAP)<sup>7,8)</sup>、Mechanical Milling (MM)<sup>9-11)</sup>などの加工法が提案されている。一方、我々は、大型バルク材料にも適用可能な強ひずみ加工プロセスである繰り返し重ね接合圧延 (Accumulative Roll-Bonding; ARB) を考案し<sup>12)</sup>、鉄鋼材料を始めとする種々の構造用金属材料の結晶粒超微細化に成功している<sup>13-21)</sup>。

これまでの研究から、極低炭素IF鋼に対して温間域でARBによる強ひずみ加工を施すことにより、結晶粒超微細化と高強度化が達成されることが明らかとなっている<sup>13,14,22,23)</sup>。また平均厚さ0.2 μmの超微細粒組織を有する500°C・5サイクル ( $\epsilon=4.0$ ) ARB材を種々の温度で1.8 ks焼鈍を施すと、焼鈍温度の上昇とともに通常粒成長的な組織変化が生じ、平均厚さ0.2~13 μmの種々の粒径を持つ試料を得ることができる。これらの引張試験を行うことにより、広い粒径範囲で組織と強度・延性の関係が明らかとなった<sup>24,25)</sup>。しかし、優れた機械的性質を示す超微細粒組織を得るためには、どの程度のひずみ量が必要なのかはまだ明らかになっていない。

そこで本研究では、極低炭素IF鋼に対して種々のひず

ひずみまで ARB による強ひずみ加工を施し、それらの焼鈍に伴う組織と機械的性質の変化に及ぼすひずみ量の影響を明らかにすることを目的として実験を行った。ひずみ量の異なる材料の焼鈍に伴う組織変化を明確にすることは、超微細粒組織の形成機構を解明する<sup>26,27)</sup>という観点からも重要である。

## 2. 実験方法

### 2.1 繰り返し重ね接合圧延 (ARB)

Fig. 1 に ARB の原理図を示す。圧延はバルク材の連続製造に最も適した加工法であるが、圧下率の増加に伴って板厚が減少し、実際に到達できるひずみ量には限界がある。そこで ARB では、例えば圧下率 50% で圧延された板材を長手方向に 2 等分し、2 枚重ねて再び圧下率 50% の圧延を行う。一体化した材料を得るために、ARB における圧延は接合を兼ねた接合圧延 (roll-bonding) であり、良好な接合を達成するために、積層前に板の表面には脱脂・ワイヤブラッシングなどの表面処理が施される。また良好な接合を達成するとともに圧延荷重を低減する目的で、接合圧延は場合によっては再結晶温度以下の温間域で行われる。切断・積層・接合圧延の手順を繰り返すことによって、ARB では板材寸法が不変のまま、材料に巨大な塑性ひずみを導入することが可能となる。

本研究では、供試材として Table 1 に示す化学組成の Ti 添加極低炭素 IF 鋼冷延焼鈍板 (板厚 1 mm) を用いた。IF 鋼は固溶炭素・窒素をほぼゼロにまで減少させたフェライト単相鋼であり、我々はこれを一種のモデル鋼として用い、ARB に関する一連の研究を行っている<sup>13,14,22-26)</sup>。受入板材から板厚 1 mm、板幅 30 mm、長さ 300 mm に切り出した試験片を出発材とした。出発材の平均結晶粒径は  $27\ \mu\text{m}$  であった。アセトンによる脱脂とワイヤブラッシングを施した 2 枚の板材を積層し、前後端をスポット溶接にて仮留めした。積層された板材は、 $500^\circ\text{C}$  に設定された電気炉内に大気雰囲気中で 600 s 保持された後、1 パス 50% ( $\epsilon=0.8$ ) の接合圧延を施され、圧延後は直ちに水冷された。この作業を 1 サイクルとし、最大 7 サイクル ( $\epsilon=5.6$ ) までの種々のひずみを与えた ARB 材を作製した。なお、圧延にはロール直径 310 mm の 2 段圧延機を用い、ロール周速  $17.5\ \text{m}\cdot\text{min}^{-1}$  (相当ひずみ速度  $18.7\ \text{s}^{-1}$ )、ロール表面無潤滑 (アセトンで脱脂) の条件で接合圧延を行った。

### 2.2 焼鈍実験

1, 3, 7 各サイクル ARB 材 ( $\epsilon=0.8, 2.4, 5.6$ ) に対して、管状電気炉を用いて Ar 雰囲気中で焼鈍を行った。 $400^\circ\text{C}$  から  $800^\circ\text{C}$  までの種々の温度で 1.8 ks の焼鈍を行った後、試料を直ちに水冷した。

### 2.3 組織観察

ARB まま材、およびその焼鈍材の縦断面 (TD 面) に対

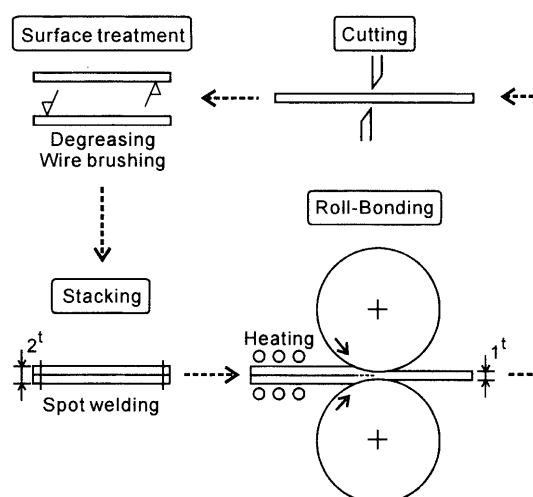


Fig. 1. Schematic illustration showing the principle of the Accumulative Roll-Bonding (ARB).

Table 1. Chemical composition of the IF steel studied (mass%).

C	N	Si	Mn	P	Cu	Ni	Ti	Fe
0.002	0.003	0.01	0.17	0.012	0.01	0.02	0.072	bal.

して、光学顕微鏡および透過電子顕微鏡 (TEM) による組織観察を行った。光学顕微鏡組織観察は、板の幅方向中央部の縦断面上で行った。観察面を機械研磨により鏡面に仕上げた後、5% 硝酸 + 95% エタノール溶液により組織を現出した。また板幅中央部から TD に垂直な短冊状試験片を切り出し、10% 過塩素酸 + 90% 酢酸溶液中でのツイングジェット電解研磨により薄膜とし、TEM 観察に供した。TEM 観察は、Hitachi H-800 を用い、加速電圧 200 kV で行った。光顕および TEM 組織写真をもとに、切片法により結晶粒の平均切片長さを求め、平均結晶粒径とした<sup>28)</sup>。

### 2.4 引張試験

ARB まま材、およびその焼鈍材に対して室温引張試験を行った。試験片は JIS 5 号引張試験片の 1/5 の大きさ (平行部長さ 10 mm、平行部幅 5 mm) とし、引張軸が圧延方向に対して平行になるように切り出した。引張試験はインストロン型材料試験機を用いて、クロスヘッド速度  $0.5\ \text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$  (初期ひずみ速度  $8.3 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ ) の条件で行った。

## 3. 実験結果

### 3.1 IF 鋼 ARB 材の組織と機械的性質

Fig. 2 に、種々のサイクルまで ARB を施された IF 鋼の TD 面 TEM 組織を示す。図中には、切片法により測定した結晶粒の板厚方向の平均厚さ  $d_t$  と、圧延方向の平均長さ  $d_l$  も記している。

1 サイクル ARB 材 (Fig. 2(a)) には、不明瞭なセル境界に囲まれた転位セルよりなる加工組織が発達しており、セル

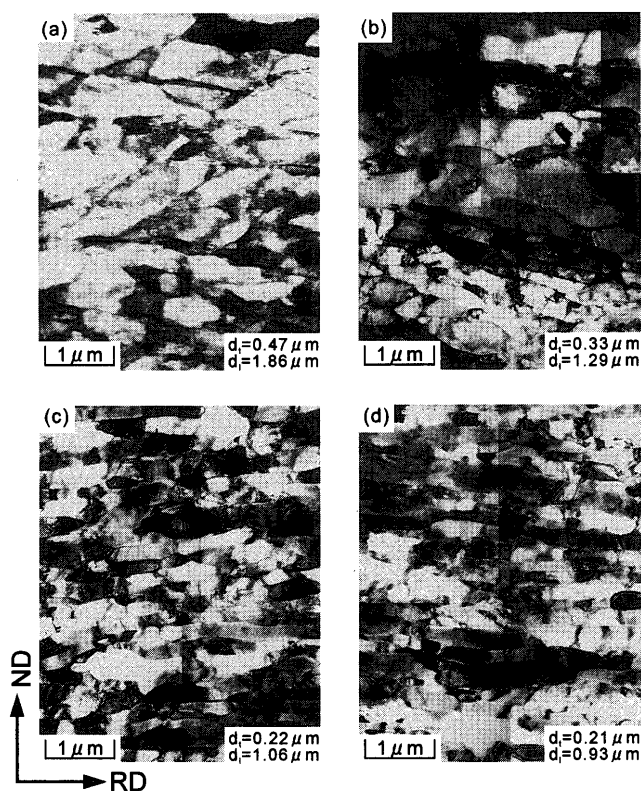


Fig. 2. TEM microstructures of the IF steel ARB processed by (a) 1 cycle ( $\epsilon=0.8$ ), (b) 3 cycles ( $\epsilon=2.4$ ), (c) 5 cycles ( $\epsilon=4.0$ ) and (d) 7 cycles ( $\epsilon=5.6$ ) at 500°C. Observed from TD. The mean grain sizes ( $d_1$  and  $d_2$ ) are also indicated.

内には多くの転位が存在している。3サイクルARB材 (Fig. 2(b))では、依然として広範囲に転位セル組織が見られるが、その様相は1サイクル材と異なり、圧延方向に伸長した転位セルが多く観察されるようになる。一方、Fig. 2(b)の下部のように、圧延方向に伸長した厚さ200 nm程度の微細結晶粒組織が場所によっては観察され、これらは圧延方向に平行な明瞭なバウンダリーを有している。5サイクルARB材 (Fig. 2(c))ではその大部分が、7サイクルARB材 (Fig. 2(d))ではほぼ全域が、圧延方向に伸長した超微細粒に覆われている。その平均厚さは、サイクル数(ひずみ量)によらずに約0.2  $\mu\text{m}$ と同程度である。これはARB材に見られる典型的な伸長超微細粒組織である<sup>13,18,20,22-27</sup>。なお、5サイクル以上のARBを施した場合に得られる超微細粒の平均厚さがひずみ量に依存せず一定になる原因として、圧延前の加熱中に生じる静的な結晶粒成長、圧延中の動的な粒成長、あるいは圧延直後の静的な粒成長が考えられる。この詳細については、現在圧延温度や加熱速度・冷却速度を変化させ、また圧延直前の組織を凍結するなどして組織変化を丹念に追跡する実験を進行中である。

平行して行った研究<sup>26,27</sup>では、IF鋼ARB材の個々の結晶方位を菊池線解析によって精密に測定し、隣接粒間の方位差を求めた。Fig. 3に各サイクルARB材中に観察されたバウンダリーの方位差分布を示す。1サイクルARB材に観

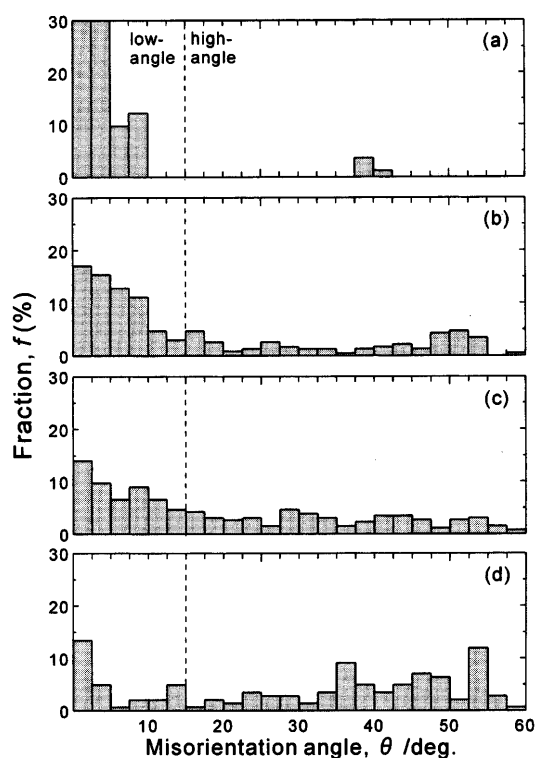


Fig. 3. Histograms showing the distribution of misorientations in the IF steel ARB processed by (a) 1 cycle ( $\epsilon=0.8$ ), (b) 3 cycles ( $\epsilon=2.4$ ), (c) 5 cycles ( $\epsilon=4.0$ ) and (d) 7 cycles ( $\epsilon=5.6$ ) at 500°C. Misorientations were determined through Kikuchi-line analysis in TEM.<sup>26,27</sup>

察されたバウンダリーは、大部分が15°未満の小角粒界 (low-angle boundary) である。すなわち、Fig. 2(a)の組織は典型的な転位セル組織であるといえる。方位差15°以上の大角粒界 (high-angle boundary) も極少数存在するが、これらは初期粒界か、あるいは初期粒界近傍や変形帯部での不均一変形により形成された大きな方位差を有する転位セル境界であると考えられる。3サイクルARB材では、依然として大部分のバウンダリーが小角粒界であるものの、多数の大角粒界が存在していることがわかる。実際の組織との対比の結果、Fig. 2(b)上部のような転位セル組織領域には小角粒界しか存在せず、大角粒界はFig. 2(b)下部に見られる伸長粒領域に集中していることが明らかとなった。すなわち、3サイクルARB材の一部に見られる伸長超微細粒は、大角粒界に囲まれており、特に圧延方向に伸長したラメラ状境界は大部分が方位差15°以上の大角粒界である。さらにサイクル数が増すにしたがって大角粒界の割合は増していき、7サイクルARB材において観察されるバウンダリーの70%以上が大角粒界である。このことは、Fig. 2で示したように、ひずみの増加とともに伸長超微細粒の割合が増していったことと対応している。すなわち、5サイクルARB材ではその大部分が、7サイクルARB材ではその全面が、大角粒界に囲まれた伸長超微細粒組織を有する。Fig. 3(d)において依然として存在する小角粒界は、個々の

伸長超微細粒内に節状に存在するサブバウンダリーである。ARB材におけるこうした結晶学的特徴は、SEM/EBSD解析によって広範囲領域においても明らかとなっている<sup>23)</sup>。

Fig. 4にIF鋼500°C ARB材のサイクル数の増加に伴う機械的性質の変化を示す。サイクル数の増加に伴って強度は上昇していき、5サイクルARB材において0.2%耐力は約650MPa（出発材の約4.6倍）、引張強さは約900MPa（出発材の約3.3倍）にまで達しているが、その後はサイクル数を重ねても大きな変化がない。一方、均一伸びは1サイクルARBによって約2%まで急激に低下し、その後はほぼ一定値を示す。これに伴い全伸びも1サイクルARBで約11%まで急激に低下し、2サイクル以降は10%弱のほぼ一定値を示す。

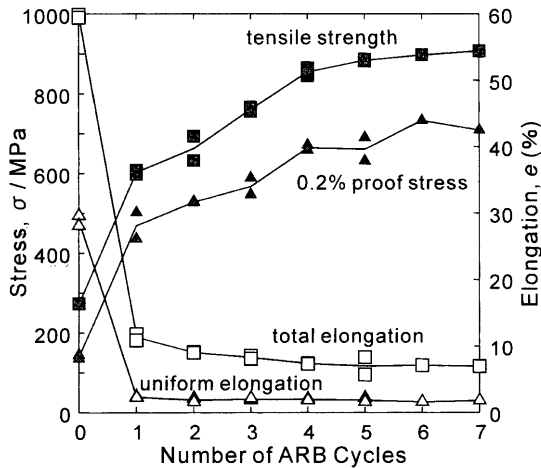


Fig. 4. Mechanical properties of the IF steel ARB processed by various cycles at 500°C.

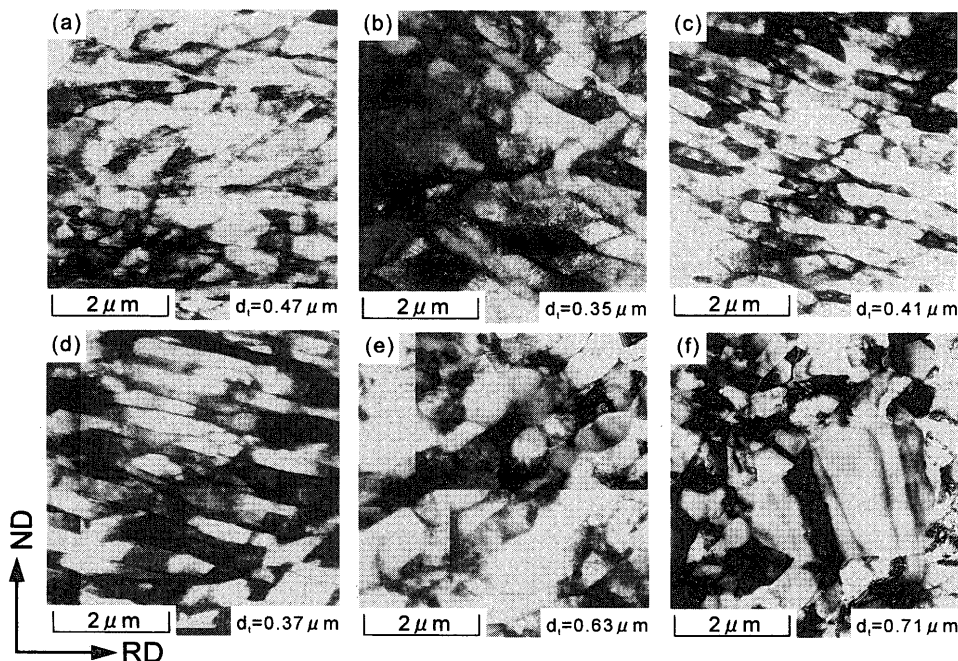


Fig. 5. TEM microstructures of the IF steel ARB processed by 1 cycle ( $\epsilon=0.8$ ) at 500°C and subsequently annealed at various temperatures. Observed from TD. (a) As ARB processed. Annealed for 1.8 ks at (b) 400°C, (c) 500°C, (d) 600°C, (e) 625°C and (f) 650°C. The mean grain sizes ( $d_i$ ) are also indicated.

### 3.2 焼鈍に伴う組織の変化

Fig. 5に、1サイクルARB後、種々の温度で焼鈍を行った試料のTEM組織を示す。焼鈍温度の上昇とともに回復が進行してセル境界が明瞭化するが、600°Cまで (Fig. 5(b)-(d))はそれ以外に大きな組織変化は見られない。なお、各写真でセルの伸長方向や大きさが異なっているが、これは母結晶の方位に依存して内部転位組織が異なることによるものであると考えられる。625°C焼鈍材 (Fig. 5(e)) ではセル（あるいはサブグレイン）がやや成長するとともに等軸化し、650°Cでは再結晶粒の発生が確認できる (Fig. 5(f))。1サイクルARB材は50%圧延に過ぎず、焼鈍時に見られる組織変化は、低温においては通常の回復であり、高温 (650°C) では核生成・成長による不連続再結晶である。よってFig. 5(f)に見られた再結晶粒は、初期粒界近傍あるいは変形帯近傍で不均一変形を受けて大きな局所方位差を持った一部の転位セルが核となって発生したものであると考えられる。

Fig. 6に3サイクルARB・焼鈍材のTEM組織を示す。3サイクルARB材の焼鈍に伴う組織変化は、1サイクルARB材と基本的に類似しており、低温 (Fig. 6(b)-(d))で回復とセル・サブグレインの等軸化が進行し、高温 (Fig. 6(e))で一部の結晶粒が大きく成長する不連続再結晶が起こっている。ただし、600°C (Fig. 6(d))ですでにサブグレインの成長が生じているとともに、各結晶粒内の転位密度は非常に低くなっており、また再結晶粒は、1サイクルARB材の場合よりも低い温度である625°Cですでに観察される (Fig. 6(e))。すなわち、ひずみの増加によって回復・再結晶がより低温で進行するようになっている。

一方、7サイクルARB材では、特定のセルあるいはサブグレインが大きく成長して周囲を蚕食してゆく不連続再結

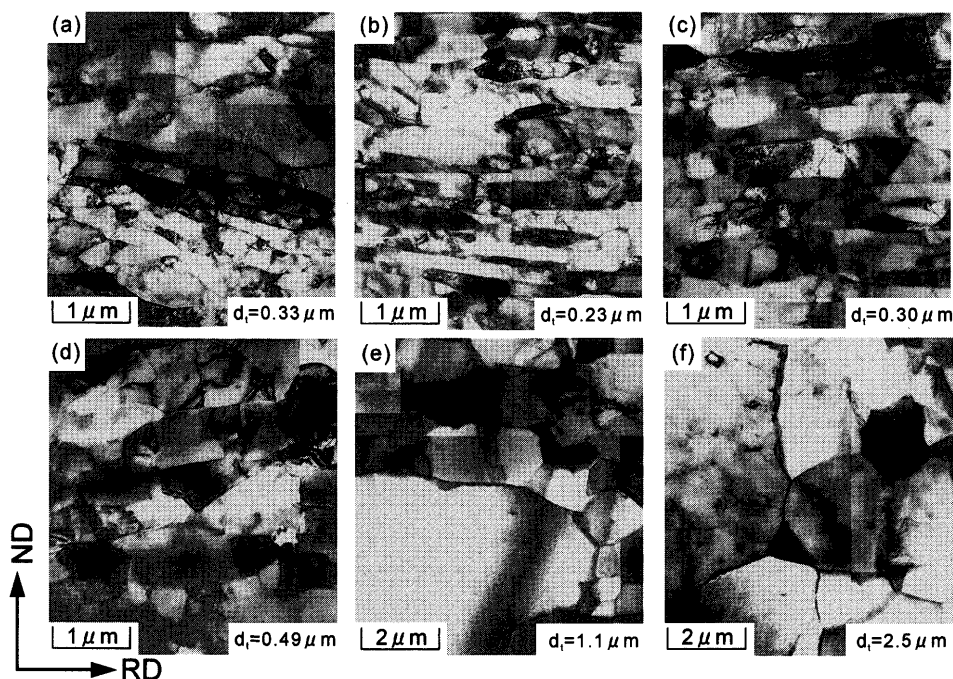


Fig. 6. TEM microstructures of the IF steel ARB processed by 3 cycles ( $\epsilon=2.4$ ) at  $500^\circ\text{C}$  and subsequently annealed at various temperatures. Observed from TD. (a) As ARB processed. Annealed for 1.8 ks at (b)  $400^\circ\text{C}$ , (c)  $500^\circ\text{C}$ , (d)  $600^\circ\text{C}$ , (e)  $625^\circ\text{C}$  and (f)  $650^\circ\text{C}$ . The mean grain sizes ( $d_f$ ) are also indicated.

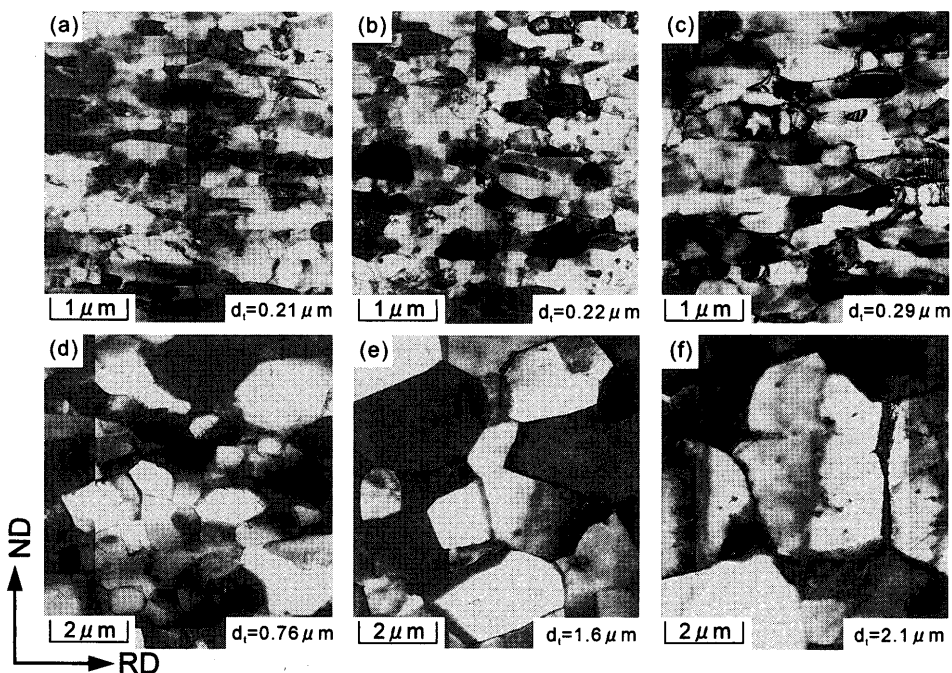


Fig. 7. TEM microstructures of the IF steel ARB processed by 7 cycles ( $\epsilon=5.4$ ) at  $500^\circ\text{C}$  and subsequently annealed at various temperatures. Observed from TD. (a) As ARB processed. Annealed for 1.8 ks at (b)  $400^\circ\text{C}$ , (c)  $500^\circ\text{C}$ , (d)  $600^\circ\text{C}$ , (e)  $625^\circ\text{C}$  and (f)  $650^\circ\text{C}$ . The mean grain sizes ( $d_f$ ) are also indicated.

晶は生じなかった。Fig. 7に7サイクルARB材の焼鈍に伴う組織変化を示す。低温の焼鈍により粒内の回復は進行し、 $500^\circ\text{C}$ 焼鈍材 (Fig. 7(c))の各粒内における転位密度はすでに非常に低い。焼鈍温度の上昇とともに伸長超微細粒が徐々に成長し、等軸化していくことがわかる。 $625^\circ\text{C}$ 焼鈍材 (Fig. 7(e))には、通常の再結晶組織と変わらない、粒内に転位下部組織を持たない等軸粒組織が観察される。しかし、平均粒径は $1.6\mu\text{m}$ と、通常の再結晶により得られる場合に比べて非常に細かい。なお、既報<sup>24,25)</sup>ですでに示したように、5サイクルARB材は、7サイクルARB材と同様の組織変化を示した。焼鈍に伴う組織変化の機構について

は、後で詳細に議論する。

### 3.3 焼鈍に伴う機械的性質の変化

Fig. 8に1, 3, 7サイクルARB・焼鈍材の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。図中には、焼鈍温度とともに組織観察により得た結晶粒の板厚方向の平均厚さ $d_f$ も記している。1サイクルARB材は焼鈍温度の上昇に伴って連続的に強度が低下し、それに伴い伸びも徐々に大きくなっている。一方、3, 7サイクルARB材は $600^\circ\text{C}$ 以下の焼鈍では強度は低下するものの、伸びは回復せずに10%程度の低い値を示し、 $625^\circ\text{C}$ 以上で焼鈍を行うとはじめて大きく伸びが回復している。また5サイクルARB材もこれら多サイクル材

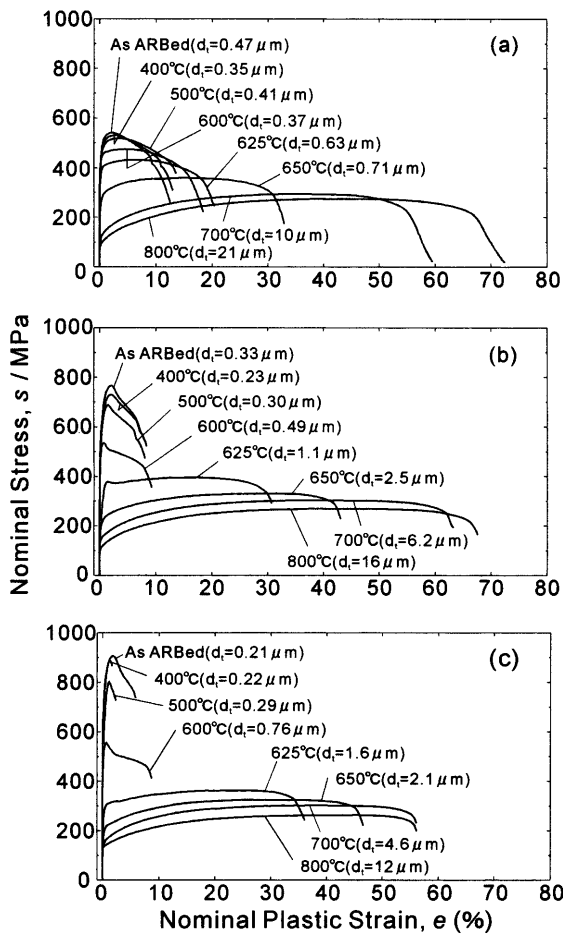


Fig. 8. Nominal stress-strain curves of the IF steel ARB processed by (a) 1 cycle ( $\epsilon=0.8$ ), (b) 3 cycles ( $\epsilon=2.4$ ) and (c) 7 cycles ( $\epsilon=5.6$ ) at 500°C and subsequently annealed at various temperatures for 1.8 ks.

と同様の挙動を示した<sup>24,25)</sup>。また注目すべき事実として、今回用いた極低炭素IF鋼はC, NをTi(C,N)として析出固定し、ストレッチャーストレインの発生を防止した材料であるにもかかわらず、3および5サイクルARB材の625°C焼鈍材には降伏点降下のような現象が見られる。こうした降伏点降下は、ARBと焼鈍で結晶粒を約2 $\mu\text{m}$ 以下に超微細化した純アルミニウムにおいても見出されており<sup>24,25,29)</sup>、超微細結晶粒材料特有の現象であると考えられるが、その機構はまだ解明されていない。

#### 4. 考察

強ひずみ加工された金属材料における超微細粒形成過程は、まだ不明な点が多数あるものの、本論文でも一部示したような詳細な組織・結晶方位観察により、徐々に明らかになりつつある<sup>26,27,30,31)</sup>。強ひずみ加工によって大きな方位差を持つバウンダリーが結晶粒内に多数導入され、結晶粒がサブミクロンオーダーにまで分断される。これを grain subdivision あるいは fragmentation と呼ぶ。加工により導入されるバウンダリーは、加工ままでは多数の転位によ

り構成されていると考えられるが、今回用いた温間強ひずみ加工では、加熱と圧延を繰り返すことによって転位が静的あるいは動的な回復により再配列し、より小さなエネルギーを持つ粒界構造に転化して、結果として明瞭な超微細粒組織が形成される。こうした過程は、核生成と成長により特徴づけられる通常の不連続再結晶とは大きく異なっており、上記のように grain subdivision と回復のみにより明瞭な大角粒界に囲まれた微細組織が形成される。こうした過程を、Tsujiら<sup>26,27,30)</sup>は「その場再結晶 (in-situ recrystallization)」と呼び、Belyakovら<sup>31)</sup>は「連続再結晶 (continuous recrystallization)」と呼んでいる。

いずれにせよ、強ひずみ加工による局所方位差の導入と、加熱による明瞭な粒界の形成は、サイクル数の増加とともに進行していく。1, 3サイクルARBではひずみ量が十分ではなく、大きな方位差を持つバウンダリー（あるいは伸長超微細粒）は、局所的に導入されているのみである。ただし、3サイクルARB材には、1サイクルARB材よりもより多くの大角粒界（伸長超微細粒）が導入されている。5サイクル以上のARBにより、試料ほぼ全域に大角粒界を持つ伸長超微細粒組織が形成される。ところでFig. 2(a)や比較的ひずみ量の小さい材料の組織が不均一であるのは、マトリックスの方位の違いによるものと考えられる。すなわち、塑性変形による大きな方位差を持つバウンダリーの導入 (grain subdivision) は、少なくともひずみの小さい段階では不均一である。しかし、5サイクル以上の強ひずみ加工を加えた場合には、結晶組織はほぼ均一に微細化されている。このことは、いったん導入された大角粒界による変形拘束により、grain subdivision (不均一変形) が大ひずみ領域では均一に進行していくことを示唆しており、大変興味深い。

ひずみ量の異なるARB材を出発組織として焼鈍を施した場合、それらの組織変化は大きく異なった。1, 3サイクルARB材を焼鈍した場合には、低温で回復、高温で不連続再結晶を生じたが、5サイクル以上の多サイクルARB材を焼鈍した場合には、不連続再結晶は生じず、低温側から粒内部での回復を伴いながら通常粒成長的に結晶粒が粗大化する焼鈍挙動を示した。これは、強ひずみ加工によって試料内部に導入される大角粒界の割合が異なることを元に理解することができる。Fig. 9にひずみ量の異なる極低炭素IF鋼ARB材の焼鈍に伴う組織変化を模式的に示す。前述したように、1, 3サイクルARB材における大角粒界の割合はまだ小さく、大部分は方位差の小さい小角粒界である。バウンダリーの易動度は方位差に依存し、大角粒界は小角粒界よりも大きな易動度を有することが知られている<sup>32)</sup>。したがって、1サイクルあるいは3サイクルARB材のように、小角粒界からなるセルの一部が大角粒界を持つような組織を焼鈍した場合には、十分大きな易動度を持つ大角粒界に囲まれたセルが再結晶核となり、易動度の小さい小角

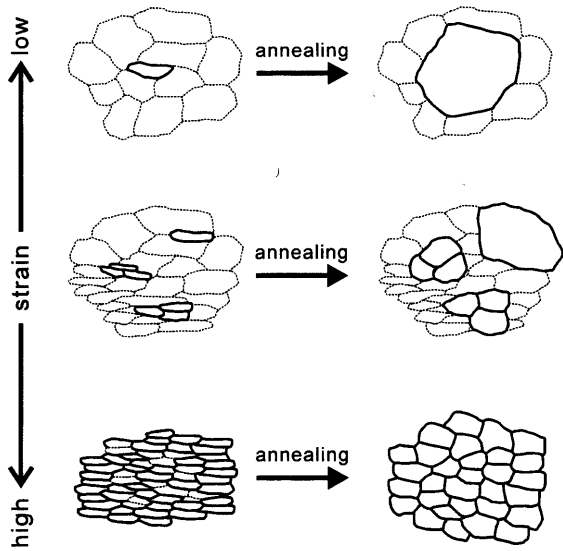


Fig. 9. Schematic illustration showing the change in microstructures by annealing of the IF steel ARB processed to various strains.

粒界に囲まれた周囲のセル・サブグレインを蚕食しながら成長する。これが核生成・成長による不連続再結晶である。ただし、大角粒界がすでにある程度導入されている3サイクルARB材の場合、Fig. 6(e)の粗大粒の周りに存在する粒径の小さい結晶粒の中には大角粒界に囲まれた結晶粒も存在しているはずである。大角粒界に囲まれた超微細粒が複数隣接して存在する場合、大角粒界どうしは互いに易動度が同程度で粒内の転位密度も低く、粒界の移動速度に大きな差がないため、周囲の大角粒に拘束され粒成長が抑制される (Fig. 9右中)。一方、5サイクル ( $\epsilon=4.0$ ) 以上の強ひずみ加工を温間で施した場合には、加工ままで試料全域が大角粒界に囲まれた超微細粒で覆われている。これは、全域でほぼ均質に再結晶の核生成が生じた一種の再結晶完了組織と考えることもできる。これが、強ひずみ加工による超微細粒形成過程をその場再結晶<sup>26,27,30)</sup>、あるいは連続再結晶<sup>31)</sup>と呼ぶ理由である。ただし、形成された超微細粒は偏平度が高く、粒内には転位や小角粒界も多く存在するなど加工組織の特徴も合わせ持っており、通常の再結晶組織とは大きく異なる。これを焼鈍した場合には、粒内および粒界部で回復が進行するとともに、各結晶粒界の易動度に大きな差異がないため焼鈍温度の上昇とともに通常粒成長的に結晶粒が粗大化していったものと考えられる。

以上のように、ひずみ量の異なる極低炭素IF鋼ARB材の焼鈍に伴う組織の変化が明らかとなった。そこで次に強度・延性の粒径依存性について議論する。金属材料の強度 $\sigma$ と結晶粒径 $d$ の間にはHall-Petchの関係

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \dots\dots\dots(1)$$

が成り立つとされている。また方位差の小さいサブバウンダリーも転位運動の障害となり得る。サブグレイン粒径 $d_s$

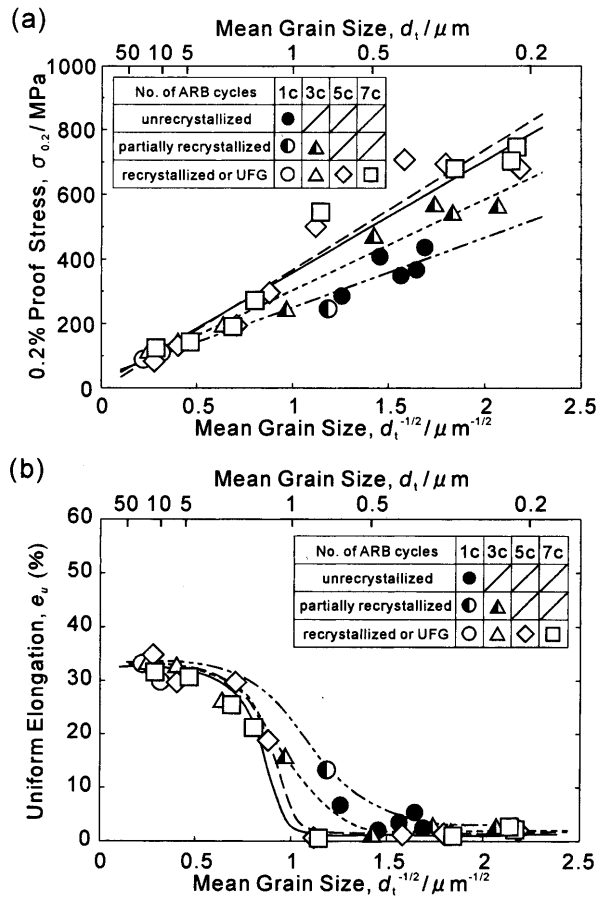


Fig. 10. Relationship between the grain size and (a) strength or (b) elongation of the IF steel ARB processed to various strains at 500°C and subsequently annealed at various temperatures for 1.8 ks.

と強度 $\sigma$ の間にも

$$\sigma = \sigma_0 + k_s d_s^m \dots\dots\dots(2)$$

という関係があり、 $m$ の値として $-1/2$ <sup>33)</sup>と $-1$ <sup>34)</sup>の場合が報告されている。そこで、今回得られた各試料の0.2%耐力と均一伸びを粒径の $-1/2$ 乗に対して整理した。ここで各試料の組織の違いに注目して、未再結晶組織、部分再結晶組織、再結晶組織の3種類に分類し記号を変えてプロットした。すなわち、1サイクルARB材は加工ままでは未再結晶組織に分類されるが、焼鈍温度の上昇とともに、部分再結晶組織から再結晶組織へと変化する。3サイクルARB材の場合には、加工ままでは大きな局所方位差を持った粒界が部分的に導入された組織となっていたので部分再結晶組織と見なし、焼鈍によって再結晶組織へと変化するとした。一方、5または7サイクルARB材の場合には、加工ままで大部分の伸長超微細粒が大角粒界に囲まれているため、この時点ですでに再結晶組織と見なした。Fig.10に示すように、耐力と粒径の間には概ねHall-Petchの関係が成り立っている。しかし、サイクル数ごとにデータは異なる線上にあり、サイクル数が大きいほど、言い換えると、組織内の大角粒界の割合が大きいほど高強度側に位置し、ま

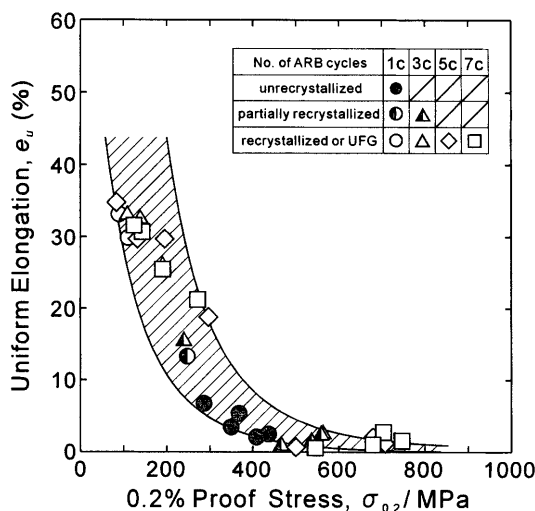


Fig. 11. 0.2% proof stress and uniform elongation balance of the IF steel ARB processed to various strains at 500°C and subsequently annealed at various temperatures for 1.8 ks.

た直線の勾配も大きくなっている。これは、小角粒界からなるセルまたはサブグレイン組織よりも、大角粒界に囲まれた結晶粒組織のほうが強度により寄与することを示している。すなわち、均一な組織とともに十分な強化を得るためには、5サイクル ( $\epsilon=4.0$ ) 以上のARBが必要であるといえる。一方、均一伸びは粒径に対して不連続的に変化しており、粒径1  $\mu\text{m}$  から0.5  $\mu\text{m}$  の範囲で大きな変化が見られる。これは別報で示したように、塑性不安定条件により説明できるものと考えられる<sup>24,25,29</sup>。1サイクルARB材の場合には伸びの低下が緩やかなように見えるが、これは強度が低いことによるものであり、Fig.11に示すように、強度・延性バランスという観点からは本研究で得られた機械的性質はほぼ同一の帯状領域に乗っている。

## 5. 結言

(1) 極低炭素IF鋼に対して温間域でARBによる伸び加工を施した場合、塑性変形によって結晶粒内に大きな方位差を持つバウンダリーが新たに導入され、回復によって明瞭な粒界が形成される。ひずみ量の増加とともに粒内に導入される大角粒界の割合は増していき、5サイクル以上のARBによりパンケーキ状超微細粒組織が試料ほぼ全域に形成される。これに対応してARB材の強度は増加し、5サイクルARB材は約900MPaの引張強さを示す。一方伸びは1サイクルARBで急激に低下し、その後は大きな変化は見られない。

(2) 極低炭素IF鋼の1, 3サイクルARB材を焼鈍した場合、大角粒界に囲まれた一部の結晶粒が再結晶核として、周囲のセル・サブグレインを蚕食しながら成長する不連続再結晶を生じた。5サイクル以上のARBを施した場合には、低温側から通常粒成長的な焼鈍挙動を示した。これらの組

織変化の違いは、変形によって導入される大角粒界の割合とよく対応している。

(3) 極低炭素IF鋼ARB・焼鈍材の強度は粒径とほぼHall-Petchの関係を示しており、また、大角粒界は小角粒界よりも強化への寄与が大きいことが明らかとなった。

(4) 結晶粒微細化によって十分な強度を得るためには、大角粒界に囲まれた超微細粒組織を試料内部に導入する必要がある。試料全面にわたる均一な超微細粒の形成と十分な強化は、フェライト単相鋼の温間ARBでは、概ね4.0以上の相当圧下ひずみ量により達成できる。

## 文 献

- 1) E.O.Hall: *Proc. Phys. Soc.*, **B64** (1951), 747.
- 2) N.J.Petch: *J. Iron Steel Inst.*, **174** (1953), 25.
- 3) R.W.Armstrong: *Metall. Trans.*, **1** (1970), 1169.
- 4) N.Tsuji: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 359.
- 5) R.Z.Valiev, A.V.Korzniakov and R.R.Mulyukov: *Mater. Sci. Eng.*, **A168** (1993), 141.
- 6) Y.Ma, M.Furukawa, Z.Horita, M.Nemoto, R.Z.Valiev and T.G.Langdon: *Mater. Trans., JIM*, **37** (1995), 336.
- 7) V.M.Segal: *Mater. Sci. Eng.*, **A197** (1995), 157.
- 8) Z.Horita, M.Furukawa, T.G.Langdon and M.Nemoto: *Materia Jpn.*, **37** (1998), 767.
- 9) K.Ameyama, O.Okada, K.Hirai and N.Nakabo: *Mater. Trans., JIM*, **36** (1995), 269.
- 10) Y.Kimura and S.Takaki: *Mater. Trans., JIM*, **36** (1995), 289.
- 11) J.Yin, M.Umemoto, Z.G.Liu and K.Tsuchiya: *ISIJ Int.*, **41** (2001), 1389.
- 12) Y.Saito, H.Utsunomiya, N.Tsuji and T.Sakai: *Acta Mater.*, **47** (1999), 579.
- 13) N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and T.Sakai: *Ultrafine Grained Materials*, TMS, Warrendale, PA, (2000), 207.
- 14) N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and S.Tanigawa: *Scr. Mater.*, **40** (1999), 795.
- 15) Y.Saito, N.Tsuji, H.Utsunomiya, T.Sakai and R.G.Hong: *Scr. Mater.*, **39** (1998), 1221.
- 16) N.Tsuji, K.Shiotsuki and Y.Saito: *Mater. Trans., JIM*, **40** (1999), 765.
- 17) N.Tsuji, K.Shiotsuki, H.Utsunomiya and Y.Saito: *Mater. Sci. Forum*, **304-306** (1999), 73.
- 18) S.H.Lee, T.Sakai, Y.Saito, H.Utsunomiya and N.Tsuji: *Mater. Trans., JIM*, **40** (1999), 1422.
- 19) S.H.Lee, Y.Saito, T.Sakai, H.Utsunomiya and N.Tsuji: *Mater. Sci. Forum*, **331-333** (2000), 1169.
- 20) T.Sakai, Y.Saito, T.Kanzaki, N.Tamaki and N.Tsuji: *J. JCBRA*, **40** (2001), 213.
- 21) K.Inoue, N.Tsuji and Y.Saito: *Proc. Int. Symp. on Ultrafine Grained Steels (ISUGS-2001)*, ISIJ, Tokyo, (2001), 126.
- 22) N.Tsuji, R.Uejii and Y.Saito: *Materia Jpn.*, **39** (2000), 961.
- 23) N.Tsuji, R.Uejii and Y.Minamino: *Scr. Mater.*, **47** (2002), 69.
- 24) N.Tsuji, Y.Ito, Y.Koizumi, Y.Minamino and Y.Saito: *Ultrafine Grained Materials II*, TMS, Warrendale, PA, (2002), 389.
- 25) N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino: *Scr. Mater.*, **47** (2002), 893.
- 26) N.Tsuji, R.Uejii, Y.Ito and Y.Saito: *Proc. 21th RISØ Int. Symp. on Materials Science*, RISØ National Laboratory, Roskilde, Denmark, (2000), 607.
- 27) N.Tsuji, R.Uejii, Y.Saito and Y.Minamino: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 494.
- 28) Y.Takayama: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **44** (1994), 48.
- 29) Y.Ito, N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and T.Sakai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **64** (2000), 429.
- 30) N.Tsuji: *Proc. Int. Conf. on Advanced Structural Steels (ICASS2002)*, NIMS, Tsukuba, (2002), 41.
- 31) A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura and K.Tsuzaki: *Philos. Mag. A*, **81** (2001), 2629.
- 32) F.J.Humphreys: *Acta Mater.*, **45** (1997), 4231.
- 33) M.J.Roberts and W.Jolley: *Metall. Trans.*, **1** (1970), 1389.
- 34) D.Kalish and B.G.Lefevre: *Metall. Trans. A*, **6A** (1975), 1319.